## 19日本国特許庁(JP)

①特許出願公開

## ⑩ 公開特許公報(A)

昭63-27414

@Int\_Cl\_f

識別記号

庁内整理番号

⑩公開 昭和63年(1988)2月5日

A 61 K 7

7/00 9/06 9/10 7306-4C A-6742-4C T-6742-4C

4C 審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

❸発明の名称 皮膚外用剤

②特 頤 昭61-172499

**❷出** 願 昭61(1986)7月22日

**砂**発明者 熊谷 重則

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研

究所内

 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研

究所内

⑪出 願 人 株式会社資生堂

東京都中央区銀座7丁目5番5号

#### सर्वे १०० 🗯

### 1. 発明の名称

### ,皮膚外用剤

### 2. 特許請求の範囲

平均粒径が1乃至100 u の有機又は無機球状粉体を核粉体とし、前記核粉体の平均粒径の1/5以下の平均粒径を有するハイドロキシアパタイト粉末を外壁粉体として、混合圧縮により球状核粉体を外壁粉体で実質上完全被覆した球状複合粉体を配合してなる皮膚外用剤。

## 3. 発明の詳細な説明

#### [産業上の利用分野]

本発明は皮膚外用剤に関し、更に詳しくは特定の複合粉体を配合することによって肌を正常に保ち、さらには肌荒れ防止、肌荒れ改善、またに果れ防止、肌荒れ改善、また皮膚を制力を強力した。なお、本明細管において、「実質上の複数」とは核粉体が外壁粉体により均関とは核粉体が外壁粉体により均関上の関係といい、この時は切のが実質上外壁粉体の単粒子層で被覆されているの

が好ましい。但し、核粉体を外壁粉体で実質上完全被覆してなる複合粉体をミクロ的にみれば、外壁粉体の粒子相互間に極めて狭い間隙は存在することはいうまでもない。また本明細書において球状粉体とは真球状のものから長径と短径の比が2:1の楕円体までをいい、多少変形した粉体も含むものとする。

#### 【従来の技術】.

削限があるといった問題が残されていた。

[発明が解決しようとする問題点]

【周題点を解決するための手段】

そこで、本発明者らは、前記した問題点を解決 すべく鋭度研究を重ねた結果、滑りの良さとのび の軽さを有する球状粉体に着目し、この球状粉体

動物の骨格を構成する無機成分とも知られて の表際に強するアメタイト鉱物であるたけである。 アメタイト Coso(PO4)eF2 であるただが、 アメタイト Coso(PO4)eF2 であるただが、 アメタイト Coso(PO4)eF2 であるただが、 のような選出は、 のような選出は、 のような選出は、 のような選出は、 のような選出は、 のような選出は、 ののでは、 ののでは

本発明の球状複合粉体を構成する核粉体としては、平均粒径1~100 mの任意の有機又は無機球状粉体を用いることができる。かかる球状粉体の代数例を挙げれば、ボリアミド樹脂、ボリエチレン樹脂、メタクリル酸メチル樹脂、セルロース系数脂、ボリスチレン樹脂、スチレンとアクリル酸の

を核粉体とし、その表面にハイド ロキシアバタイト粉末を均一に被覆したならば、 この複合粉体はハイドロキシアバタイト粉末をそ のまま使用した場合と比べて皮脂老廃物の吸着性 に優れていることを見出し本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は、平均粒鑑が1万至100 μの有機又は無機球状粉体を核粉体とし、前記核粉体の平均粒径の1/5以下の平均粒径を育するハイドロキシアパタイト粉末を外壁粉体として、混合圧縮することにより球状核粉体を外壁粉体で実質上完全被覆した球状複合粉体を配合してなる皮膚外用剤を提供するものである。

かかる皮膚外用剤は、ハイドロキシアパタイト 粉末をそのまま配合した皮膚外用剤と比較して、 のびの使用眩触がよく、しかも肌 荒防止、肌荒れ 改善さらにはニャビ患者の肌の炎症を抑制する効 果がより優れていた。

以下、本発明の構成について詳述する。

本発明のハイドロキシアパタイトは鉱物名で、 化学式は Cato(PO4)e(OH)2 で表わされ、脊椎

共重合体等の有機球状粉体、及びシリカ、アルミナ、炭酸マグネシウム、二酸化チタン等の無機球状粉体である。

核粉体の平均粒径に対してハイドロキシアパタイトの平均粒径は1/5以下、好ましくは1/10以下とする必要がある。ハイドロキシアパタイトの平均粒径が核粉体の1/5より大きいと、ハイドロキシアパタイトの脱離安定性が極めて悪くなるので好ましくない。

本発明の皮膚外用剤に配合する複合粉体を製造する方法としては、平均粒径5mm以下のボール状態合媒体を充塡した連続式又は非連続式の混合機を用いて球状核粉体を構成する有機又は無機粉体と、平均粒径が前記球状核粉体の平均粒径の1/5以下のハイドロキシアパタイト粉末とを混合圧縮することにより核粉体をハイドロキシアパタイトで実質上完全被覆させたものである。この製造活により得られる球状複合粉体は従来のものと違い、粒度や被覆が均一で変形の極めて少ないことを決長としている。

前記した通り、ボール状混合媒体の平均粒径が 5 mmよりも大きいと、核粉体を実質上完全被匿で きなかったり、粉体の変形や粉砕が起きたりする ので好ましくない。前記球状複合粉体の製造方法 において使用する混合機のボール状混合媒体の材

体及び外壁粉体をヘンシェル型ミキサー等の一般の粉体混合機で混合することが好ましい。更に本発明の実施に際して混合機処理の粉体に水やアルコール等の波体を併用しても良い。

前記したように、複合粉体の製造においては、 混合機処理に平均5mm以下のポール状混合媒体を 用いることにより粉体の粉砕効果を極力抑えると 共に、接触回数を飛躍的に増大させて原源静電気 等により核粉体表面に付着した外壁粉体を強く圧 着し、粒度が均一で、核粉体が外壁粉体で実伏 完全被覆された、脱離安定性に優れた複合粉体を 製造することができる。

本発明に従った球状粉体の製造の際に必要な外 壁粉体の最小量は、核粉体表面を外壁粉体が単粒 子層で覆いつくす量である。

本発明の皮膚外用剤には上記した複合粉体の他に化粧料、医薬品、医薬部外品等に汎用される成分を配合できる。

例えば、タルク、カオリン、雰母、セリサイト、 白雲母、金雲母、合成雲母、紅雲母、黒雲母、リ 質には特に限定はなく、例えば セラミック、金属 又は樹脂製のいずれも使用できる。

前記球状複合粉体を製造する際の粉末番と混合機の混合媒体の量との間には特に限定はないの量がの最近に対して混合媒体の量が表して混合媒体の母性であるが球状複合粉体の変形を招きやすい。また混合媒体の量が必要となるが、球状複合粉体の変形は少なくなる。從って、全粉体100重量部に対してポール状混合媒体300~700重量部を使用するのが好ましい。

前記球状複合粉体の製造に際しては、ボール状 混合媒体を充填した状態で、混合機内に上部空間 のあることが必要条件であり、上部空間が1/3~2 /3程度であるのが好ましい。

混合機処理時の温度は、処理粉体の性質及び形状を摂なわない限り、特に制約はない。

また、処理の際に混合機の上部空間の雰囲気は 特に限定はない。なお、混合圧縮処理の前に核粉

チア異母、パーミキュライト、炭酸マグネシウム、 、炭酸カルシウム、珪藻土、ケイ酸マグネシウム、 ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸 パリウム、硫酸パリウム、ケイ酸ストロンチウム、 タングステン酸金属塩、シリカ、ゼオライト、窒 化磁素、セラミックパウダー等の無機粉末、ナイ ロンパウダー、ポリエチレンパウダー、ベンソグ アナミンパウダー、四弗化エチレンパウダー、微 結晶セルロース等の有機粉体、酸化チタン、酸化 亜鉛等の無傚白色含量、酸化鉄(ベンガラ)、チ タン酸鉄等の無機赤色系顔料、ィー酸化鉄等の無 概義色系顔料、實酸化鉄、黄土等の無機黄色系颜 料、黒酸化鉄、カーボンブラック、等の無機黒色 系顔料、マンゴバイオレット、コパルトパイオレッ ト等の無機紫色系顔料、酸化クロム、水酸化クロ ム、チタン酸コパルト等の無機緑色茶顔料、群青、 科 育 等 の 無 機 背 色 系 顔 料 、 酸 化 チ タ ン コ ー テ ッ ド マイカ、酸化チタンコーテッドオキシ塩化ビスマ . ス、オキシ塩化ビスマス、酸化チタンコーテッド タルク、魚牌店、着色酸化チタンコーテッドマイ

力等のパール顔料、アルミニウムパウダー、カッ パーパウダー等の金属粉末顔料、赤色201号、赤 色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤 色228号、赤色228号、赤色405号、橙色203号、橙 色204号、黄色205号、黄色401号、及び青色404号 などの有機額料、赤色3号、赤色104号、赤色108 号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505 号、 橙色205号、 黄色4号、 黄色5号、 黄色202号、 黄色203号、緑色3号及び青色1号、のジルコニウ ム、パリウム又はアルミニウムレーキ等の有機顔 料、クロロフィル、βーカロチン等の天然色素、 スクワラン、流動パラフィン、ワセリン、マイク ロクリスタリンワックス、オゾケライト、セレシ ン、セチルアルコール、ヘキサデシルアルコール、 オレイルアルコール、セチル-2-エチルヘギサノ エート、2-エチルヘキシルパルミテート、2-オク チルドデシルミリステート、2-オクチルドデシル ガムエステル、ネオペンチルグリコール-2-エチ ルヘキサノエート、イソオクチル酸トリグリセラ イド、2-オクチルドデシルオレート、イソプロビ ルミリステート、イソステアリン 酸トリグリセライド、ヤシ油脂肪酸トリグリセライド、オリープ油、アボガド油、ミツロウ、ミリスチルミリステート、ミンク油、ラノリン、ジメチルボリシロキサン等の各種版化水蒸、油脂類、エステル類、高級アルコール、ロウ類、シリコーン油等の油分、紫外線吸収剤、酸化防止剤、防腐剤、海面活性剤、保湿剤、番料、水、アルコール、増粘剤等を配合することができる。

#### [発明の効果]

本発明の皮膚外用剤は、のびの使用感触に優れ、しかも皮脂老廃物すなわちトリグリセライドの分解物である遊離の脂肪酸、及び酸化劣化によって生ずる磁々の過酸化脂質を吸着し、肌を正常に保ち、さらには肌荒れ防止、肌荒れ改善、またニキと思者の肌の炎症を抑制する効果に優れている皮膚外用剤である。

#### [実施例]

以下に本発明の実施例をあげ、更に詳細に説明。

する。本発明はこれら契施例に限定されるもので はない。配合量は重量%である。

## 

(1)タル	ク		49.8.

(2) ステアリン酸マグネシウム 5.0、

(3) ハイドロキシアパタイト粉末(10%)

被覆球状ナイロン \*\* 注 1 45.0

(4) 据料 0.1

(5) 殺菌剤 0.1

# 注 1

球状ナイロン粉末(平均粒径5 u)90部をハイドロキシアパタイト粉末(平均粒径0.1 u)10部と共にヘンシェル型ミキサー中にて5分間混合し、次いで得られた混合粉体をアルミナポール(2mm)を充填した振動式ボールミルにて8時間混合圧縮して製造した。

#### (製法)

(1)~(3)および(5)をプレンダーでよく撹拌混合 しながら(4)を緊密に順勝し、これを中皿に成型 して固型粉末状皮膚外用剤を得た。

### 比較例1

(1)タルク	49.8
(2)ステアリン酸マグネシウム	5.0
(3)ハイドロキシアパタイト粉末	4.5
(4) 球状ナイロン	40.5
(5) 香料	0.1
(6) 殺圍剤	0.1
(製法)	. '
実施例1に準する。	

#### 実使用テストによる効果の確認

肌荒れに悩む被験者20人に対し、実施例1で得られた粉末状皮膚外用剤及びハイドロキシアバタイト粉末を複合化せずにそのまま配合した比較例1を3カ月間顔面に塗布し、肌荒れ防止効果を調べた。結果を表1に示したが、比較例1に比べて実施例1は、明らかに肌荒れが改善された、及びやや肌荒れが改善されたと答えた人が30%多く、ハイドロキシアパタイトの複合粉体は肌荒れに対してより有効であることが示された。

表 1

													実	施	<b>6</b> 9	1	比	較	271	l
明	6	か	۳	M.	荒	れ	'n	改	杏	č	ħ	た		8	名			3	名	
*	40	III.	飛	れ	が	改	¥	ţ.	n	t:				10				9		
IJ.	荒	ね	に	対	ı	τ	無	効	で	あ	->	tc		2				8	,	

## 寅施例2 扮宋状皮膚外用剤

(1) タルク

49.95

(2) ハイドロキシアパタイト粉末(25%).

被覆球状ポリエチレンギ柱2

50.0

(3)香料

0.05

\* 注 2

球状ポリエチレン粉末(平均粒径10 u)75部 をハイドロキシアバタイト粉束(平均粒径0.2 μ)25部と共にヘンシェル型ミキサー中にて 5分間混合し、次いで得られた混合粉体をア ルミナポール(300)を充填した回転式ポール ミルにてる時間混合圧縮して製造した。

#### (製法)

(1)と(2)をプレンダーでよく撹拌混合しながら(3)

爽 2

												実	桩	例	2	比	較	Ħ	2
明	5	か	に	炎	庭	が	数	曹	à	ね	<i>t</i> ≈		6	名			3	名	
45	40	贬	症	が	改	辔	ż	れ	た				3				2		
無	20	で	あ	つ	た						•		1				5		_

#### - 実施例3 软膏

(1) セレシン .	20.0
(2) 流 動 パ ラ フ ィ ン	18.0
(3)POB(10モル)モノオレイン酸エステル	0.25
(4)グリセリンモノスチアリン酸エステル	0.25
(5) ワセリン	35.0
(8)ハイドロキシアパタイト粉末 (10%)	

被複球状ナイ	ロン*注1	
--------	-------	--

(7) 稽 製 水	17.5

(8)プロピレングリコール	4.0
•	

(製法)

(1)~(5)を70℃にて混合溶解し(油相)、この中 に(8)を分散する。(7)に(8)を溶解して70℃に保 ち、油相に加えてホモミキサーで均一に乳化後冷 を均一に順務し、粉末状及臍外用剤を得た。

3	較	例	2		
---	---	---	---	--	--

(1)	タルク		49.95
,		·	

(製法)

実施例2に準ずる。

## 実使用テストによる効果の確認

ニャビに悩む被験者10人に対し、実施例2で得 られた粉末状皮膚外用剤及びハイドロキシアパタ イト粉末を複合化せずにそのまま配合した比較例 2を3カ月間顔面に塗布し、ニキビによって誘発 される炎症の改善効果を調べた。結果を表2に示 したが、比較例2に比べて実施例2は、明らかに 炎症が改善された、及びやや炎症が改善されたと 答えた人が40%多く、ハイドロ中シアパタイトの 複合粉体はニキビによって膀発される炎症に対し てより有効であることが示された。

却して軟膏を得た。

実施例3より得られた軟膏は、ハイドロキシア パタイト粉末を複合化せずにそのまま配合した軟 膏と比較して、実使用において肌荒れを防止する 効果がより優れていた。

#### 宝饰例4 **パウダーファンデーション**

英 22 91 年	
(1) セリサイト	.54.28
(2) タルク	20.0
(3)ハイドロキシアパタイト粉末 (33%)	
被複球状セルロース * 注 3	3.0
(4) 二酸化チタン	6.5
(5) 酸化鉄	3.5
(8) トリメチロールプロパントリイソ	
ステアレート・	5.0
(7) スクワラン	8.0
(8)ソルビタンセスキオレート	1.0
(9) 防腐剤	0.5
(10) 酸化防止剂	0.02
(11) 香料	0.2

5.0

0.2

#### 常挂3

# 注 4

球状セルロース粉末(平均粒径25μ)67部と ハイドロ中シアパタイト粉末(平均粒径1.2 μ)33部を混合し、注こと関様の方法で製造した。

#### (奴法)

(1)~(5)をヘンシェルミキサーで混合し、これに
 (6)~(11)を過熱溶解したものを添加し、混合粉砕する。これを中値に成型してパウダーファンデーションを得た。

#### 

球状シリカ粉末(平均粒径1μ)93郎とハイドロキシアパタイト粉末(平均粒径0.05μ)7

(1)~(6)をプレンダーでよく関辞組合しベビーバウダーを得た。

実 施 例 了	パック	
(1)ポリビニ	ルアルコール	 15.0
(2)ポリエチ	レングリコール	3.0

(3) プロピレングリコール 7.0

(4) エタノール 10.0

(5) ハイドロキシアパタイト 初末 (7\*) 被覆球状シリカ<sup>‡ 注 4</sup> 10.0 (B) メチルパラベン 0.05

(g) メチルパラベン 0.05 (7) 香料 0.15

(8) 梢 製 水 (製 法)

(8)に(2)(3)(6)を加え溶解する。次に(1)を加え 過熱度拌し溶解後、(5)を分散する。これに(4)(7) を添加し撹拌溶解してパックを得た。

## 実施例8 クリーム

(1)セトステアリルアルコール

3.5

54.8

部を混合し、注1と同様の方法で製造した。 (製法)

(1) と(2) をプレンダーでよく撹拌混合しながら(3) と(4) を均一に吸露し、これを中皿に成型して圏 型白砂を得た。

実施例6	ペピーパワター.
(1) 4 h 2	

 (1) タルク
 80.0

 (2) 炭酸カルシウム
 17.0

 (3) 殿粉
 0.5

(4)ハイドロキシアパタイト粉末 (12%)

(4) ハイドロキシアパタイト粉末 (12%)被覆球状二酸化チタン\*注 5(5) 殺菌剤

(6)防腐剂 ※注 5

> 球状二酸化チタン粉末(平均粒径 1 μ) 88 部 とハイドロキシアパタイト粉末(平均粒径0.1 μ)12部を握合し、住1と同様の方法で製造した。

## (製法)

 (2) スクワラン
 20.0

 (3) ミツロウ
 3.0

(4) ラノリン (5) エチルパラベン 0.3

(6) POE(20モル) ソルビタン

モノオレイン酸エステル 2.0 1 2 テァリン的モノグリセリド 2.0

(7)ステアリン酸モノグリセリド (8)ハイドロキシアバタイト粉末(33%)

被覆球状セルロース<sup>非注 3</sup> 5.40 (9) 番料 0.1

(10)1.3-プチレングリコール 5.0

 (11) グリセリン
 5.0

 (12) 特製水
 49.1

## (製法)

(1)~(7) および(9) を過熱溶解し75 ℃に保つ(油相)。(12)に(10)(11)を溶解した後、(8)を加え分散し75 ℃に加温する(水相)。水相に油相を添加しホモミキサー処理により乳化した後、冷却しクリームを得た。

実施例4~8より得られた化粧料は、それぞれの実施例中のハイドロキシアバタイト複合粉体を配合するかわりに複合化していない別々の粉体のまま配合した化粧料と比較して、実使用においてのびの使用窓般が良く均一に途布でき、しかも使用後の肌がよりすべすべとした状態に保たれ、肌荒れに対してより有効であった。

特許出願人 株式会社 資生堂

# US005122418A

## United States Patent [19]

Nakane et al.

Patent Number:

5,122,418

Date of Patent:

Jun. 16, 1992

## [54] COMPOSITE POWDER AND PRODUCTION **PROCESS**

[75] Inventors: Toshihiko Nakane, Yokohama; Masumi Kolshi, Sagamihara; Hiroshi Fukui, Yokohama; Yutaka Okunuki, Yokohama; Yoshio Yahata, Yokohama; Shigenori Kumagai, Yokohama: Hiroyuki Yokoyama, Yokohama; Eiichiro Yagi, Yokohama; Minoru Fukuda, Yokohama; Tadao Ohta, Yokohama; Pujihiro Kanda, Yokohama; Kazuhisa Ohno, Yokohama; Toshihide Ebisawa, Yokohama; Tomiyuki Nanba, Yokohama; Susumu Takada, Yokohama; Masato Hatao, Yokohama; Masaru Suetsugu,

·Shiseido Company Ltd., Tokyo, [73] Assignee: Japan

Yokohama, all of Japan

[21] Appl. No.: 593,537

[22] Filed: Oct. 4, 1990

## Related U.S. Application Data

Continuation of Ser. No. 405,702, Sep. 11, 1989, aban-[63] doned, which is a continuation of Ser. No. 375,616, May 24, 1989, abandoned, which is a continuation of Ser. No. 939,379, Dec. 8, 1986, abandoned.

[30]	For	elgn	Applicati	on Priority Data	
Dec. 9. Jul. 22. Nov. 21,	1986	(JP)	Japan	7,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	61-172499
[61] Tax	<b>~</b> 1				£116 £ /00

U.S. Cl. ...... 424/401; 424/59; 424/76.2; 424/76.25; 424/489; 424/46; 424/47

424/489, 501, 471, 59, [58] Field of Search ..... 424/76.2, 76.25, 46, 47

References Cited [56]

> 4,669,492 6/1987 Kleinsorgen ...... 424/DIG. 5.4

## FOREIGN PATENT DOCUMENTS

U.S. PATENT DOCUMENTS

53-13626 2/1978 Japan . 57-81823 5/1982 Japan .

#### OTHER PUBLICATIONS

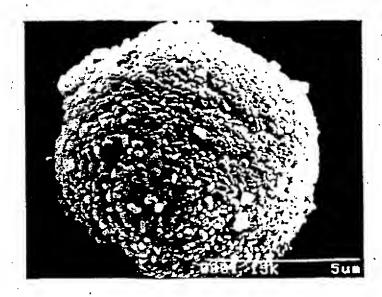
C.A. vol. 89, 94884d, 1978, p. 382 "Powders-Porous Powders for Cosmetics"; JP7813626. C.A. vol. 97, 150585m, 1982 "Porous Powder for Skin Cosmetics", JP8686,823.

Primary Examiner—Thurman K. Page Assistant Examiner—Leon R. Horne Attorney, Agent, or Firm-Sprung Horn Kramer & Woods

[57] **ABSTRACT** 

A composite powder wherein an organic or inorganic core powder is substantially completely covered with one or more types of organic, inorganic, or metallic powders having an average particle size one-fifth or less of the average particle size of the above core powder by means of mixing and compression. The composite powder may be manufactured by mixing and compressing. the above core powder and coating powder using a ball mill or other mixer charged with a ball shaped mixing medium of an average diameter of 5 mm or less. This composite powder may be used in, for example, skin treatment agent, makeup type cosmetics, sunburn preventing cosmetics, deodorants.

5 Claims, 5 Drawing Sheets



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

63-027414

(43) Date of publication of application: 05.02.1988

(51)Int.CI.

A61K 7/00 A61K 9/06

A61K 9/10

(21)Application number : **61-172499** 

(71)Applicant : SHISEIDO CO LTD

(22)Date of filing:

22.07.1986

(72)Inventor: KUMAGAI SHIGENORI

ONO KAZUHISA

**NAKANE TOSHIHIKO** 

## (54) SKIN DRUG FOR EXTERNAL USE

## (57) Abstract:

PURPOSE: A drug for external use, containing a spherical composite powder containing nuclear powder which is organic or inorganic spherical powder with an external wall powder consisting of hydroxyapatite powder and capable of keeping the skin in a normal state and exhibiting improved effect on prevention, improvement of skin roughening, etc.

CONSTITUTION: A skin drug for external use containing spherical composite powder prepared by coating organic or inorganic spherical powder, e.g. polyamide resin, silica or titanium dioxide, having 1W100µ average particle diameter as nuclear powder with external wall powder consisting of hydroxyapatite powder having an average particle diameter of ≤1/5 based on that of the nuclear powder. The hydroxyapatite is capable of selectively adsorbing sebum waste matter, but the use thereof as the external wall powder of the spherical composite powder sufficiently exhibits the above-mentioned adsorption effect. The spherical composite powder is obtained by blending and compressing the nuclear powder and external wall powder using a blender filled with ball-like blending media having ≤5mm average particle diameter.

## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]